

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-349345

(43)Date of publication of application : 21.12.1999

(51)Int.Cl.

C03B 37/018

C03B 8/04

(21)Application number : 10-157790

(71)Applicant : SUMITOMO ELECTRIC IND LTD

(22)Date of filing : 05.06.1998

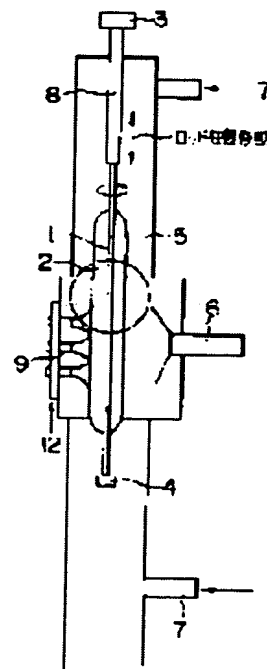
(72)Inventor : OGA YUICHI
SAITO TATSUHIKO
NAKAMURA MOTONORI
ISHIHARA TOMOHIRO

(54) PRODUCTION OF POROUS PREFORM

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a method for producing a porous preform improved in quality so as to meet its use for optical fibers through setting the deposited surface temperature change developed due to the movement of a burner at a specific level or lower to suppress the cracking of the preform.

SOLUTION: This porous preform is produced by the following process: a starting rod 1 of silica glass with core/clad is disposed perpendicularly, being subjected to reciprocating motion vertically, and the objective porous preform 2 is accumulated on the outer circumference of the rod 1 using three burners 9 set up approximately rectangular to the rod 1; wherein the temperature distribution (surface temperature change) for the burners 9 is controlled so as to avoid the rapid cooling/heating phenomena on the surface of the preform, that is, the surface temperature change on the deposited surface is set at $\leq 500^{\circ}\text{C}/\text{min}$ (pref. $200\text{-}450^{\circ}\text{C}/\text{min}$), and it is necessary that the temperature of the preform as a whole is kept constant because the preform, in particular in the case of its continuous profile, might crack when the temperature at its edge falls, therefore the deposited surface as a whole is thermally insulated and the surface temperature is kept pref. at $\geq 250^{\circ}\text{C}$, more pref. at $350\text{-}450^{\circ}\text{C}$.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 23.10.2000

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 29.03.2005

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application]

converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平 1 1 - 3 4 9 3 4 5

(43) 公開日 平成11年(1999)12月21日

(51) Int. Cl.⁶

C 0 3 B 37/018
8/04

識別記号

F I

C 0 3 B 37/018
8/04

C
J
P

審査請求 未請求 請求項の数 4

O L

(全 6 頁)

(21) 出願番号 特願平10-157790

(22) 出願日 平成10年(1998)6月5日

(71) 出願人 000002130

住友電気工業株式会社

大阪府大阪市中央区北浜四丁目5番33号

(72) 発明者 大賀 裕一

神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電
気工業株式会社横浜製作所内

(72) 発明者 齋藤 達彦

神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電
気工業株式会社横浜製作所内

(72) 発明者 中村 元宣

神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電
気工業株式会社横浜製作所内

(74) 代理人 弁理士 萩原 亮一 (外2名)

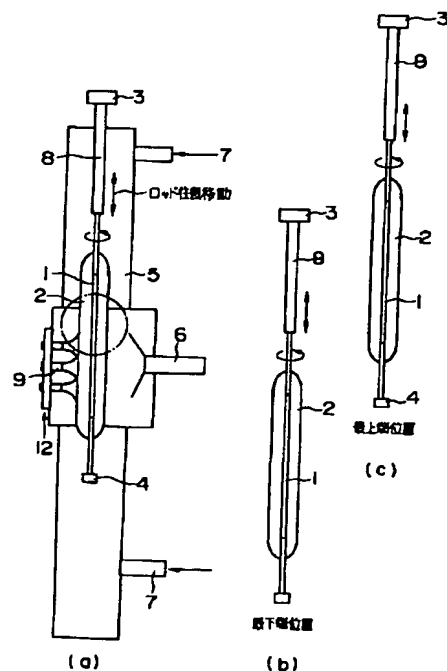
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 多孔質母材の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 母材の割れを抑制して高品質の光ファイバ用
多孔質母材を生産性よく製造すること。

【解決手段】 酸化物基材の周囲に基材及び／又はバー
ナを往復移動させながらガラス微粒子を積層させる多孔
質母材の製造方法において、バーナの移動により生じる
堆積面の表面温度変化が、500℃/分以下であり、か
つ堆積面全域の表面温度を250℃以上に保持すること
を特徴とする多孔質母材の製造方法。



【特許請求の範囲】

【請求項 1】 酸化物基材の周囲に基材及び／又はバーナを往復移動させながらガラス微粒子を積層させる多孔質母材の製造方法において、バーナの移動により生じる堆積面の表面温度変化が、 $500^{\circ}\text{C}/\text{分}$ 以下であることを特徴とする多孔質母材の製造方法。

【請求項 2】 酸化物基材の周囲に基材及び／又はバーナを往復移動させながらガラス微粒子を積層させる多孔質母材の製造方法において、堆積面全域の表面温度を 250°C 以上に保持することを特徴とする多孔質母材の製造方法。

【請求項 3】 酸化物基材の周囲に基材又はバーナを往復移動させながらガラス微粒子を積層させる多孔質母材の製造方法において、バーナの移動により生じる堆積面の表面温度変化が、 $500^{\circ}\text{C}/\text{分}$ 以下であり、かつ堆積面全域の表面温度を 250°C 以上に保持することを特徴とする多孔質母材の製造方法。

【請求項 4】 反応容器に導入する清浄空気を 200°C 以上に加熱して、反応容器内に導入することを特徴とする請求項 1～3 のいずれかに記載の多孔質母材の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、主として光ファイバ用多孔質母材（ガラス微粒子堆積体）の製造方法に関し、特に大型の多孔質母材を作製する方法に関するものであり、母材の割れを抑制して生産性に優れた高品質の母材を製造する方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 光ファイバ用ブリフォームを製造するため多孔質ガラス母材の合成は、一般に VAD 法、OVD 法、MCVD 法等の方法で行われている。このような方法で多孔質母材を合成する際、特に母材が大型化するにつれ顕在化する問題は、「割れ」である。いわゆるスス割れは、母材合成時にその表面が急冷され、内部ススと表面ススとに温度差が生じる結果、表面に引張応力が発生して表層が割れると考えられる。そこで、このスス割れを抑制するためガラス微粒子合成バーナ以外に補助加熱手段を用いることが提案されている。例えば、シリカ微粒子堆積用バーナに隣接させて補助加熱用バーナを 2 本以上設置してスス割れを防止すること（特開平 3-83829 号公報）、OVD 法による多孔質ガラス母材の製造を一本のバーナを用いて行う際に生じるクラックを防止するために多孔質ガラス堆積用バーナと堆積母材密度コントロールバーナを各々独立に設けること（特開平 5-116980 号公報）等である。

【0003】 また異物の存在しない高品質な母材を製造するためコア用ガラス棒の全長に清浄なガス流をエアカーテンとして吹きつけながらコア用ガラス棒の上にガラス微粒子を堆積させること（特開平 5-116979 号

公報）、多孔質母材の割れ対策として径方向の高密度を特定すること（特開平 1-9821 号公報）等が提案されている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】 上記したように従来は堆積面表面を保温するために、補助加熱手段を用いているが、品質上の観点から、雰囲気内を清浄に保つ必要があり、その冷却ガスが母材を冷やし「割れ」の原因となっていた。冷却ガスは、ガラス微粒子合成バーナの温度分布にも影響を与え、急冷／急加熱を伴う母材合成を避ける必要があり、特に OVD 法と称するガラス微粒子を積層させる製造方法の場合には、堆積面表面のヒートサイクルに十分注意する必要がある。本発明は、このような「割れ」を抑制するために堆積面表面の急冷／急加熱を防止するため、ガラス微粒子合成バーナの温度勾配（温度分布）及び堆積面全域に亘る温度分布を適正領域に保持することにより母材の割れを抑制して高品質の光ファイバ用多孔質母材の製造方法を提供することを目的とする。

【0005】 上記の目的は、下記各発明及び実施態様によって達成することができる。

（1）酸化物基材の周囲に基材及び／又はバーナを往復移動させながらガラス微粒子を積層させる多孔質母材の製造方法において、バーナの移動により生じる堆積面の表面温度変化が、 $500^{\circ}\text{C}/\text{分}$ 以下であることを特徴とする多孔質母材の製造方法、（2）酸化物基材の周囲に基材及び／又はバーナを往復移動させながらガラス微粒子を積層させる多孔質母材の製造方法において、堆積面全域の表面温度を 250°C 以上に保存することを特徴とする多孔質母材の製造方法、（3）酸化物基材の周囲に基材又はバーナを往復移動させながらガラス微粒子を積層させる多孔質母材の製造方法において、バーナの移動により生じる堆積面の表面温度変化が、 $500^{\circ}\text{C}/\text{分}$ 以下であり、かつ堆積面全域の表面温度を 250°C 以上に保持することを特徴とする多孔質母材の製造方法及び、（4）反応容器に導入する清浄空気を 200°C 以上に加熱して、反応容器内に導入することを特徴とする上記（1）～（3）のいずれかに記載の多孔質母材の製造方法。

【0006】 上記（1）の方法において、ガラス微粒子合成バーナの温度分布（表面温度変化）を制御することにより母材表面での急冷／急加熱を避ける。すなわち、堆積面の表面温度変化を $500^{\circ}\text{C}/\text{分}$ 以下、好ましくは $200\sim 450^{\circ}\text{C}/\text{分}$ とする。 $500^{\circ}\text{C}/\text{分}$ を超えると割れの防止をすることが難しくなる。ここで表面温度変化（ $^{\circ}\text{C}/\text{分}$ ）とは、ガラス微粒子合成バーナによって形成される堆積面温度分布（図 4 参照）における堆積面上の表面最大温度勾配（通常 $25^{\circ}\text{C}/\text{cm}$ 以下とするのが好ましい）とバーナの移動速度（ $\text{cm}/\text{分}$ ）（通常 $20\sim 100\text{cm}/\text{分}$ とするのが好ましい）とを相乗して得

られるものである。上記(2)の方法は、堆積面全域を保温して表面温度を250℃以上、好ましくは350～450℃に保持し、割れのない多孔質母材を得ることができる。特に、母材が長尺化した際端部温度が低下すると割れが発生するので、母材全域を一定温度に保つ必要がある。250℃未満では割れ防止の効果が著しく低下してしまう。この場合、必要に応じて補助バーナを用いる。

【0007】上記(3)の方法は、割れを抑制するために必要なガラス微粒子合成バーナの温度勾配(温度変化)条件と堆積表面温度条件を限定して両者の結合による相乗効果を狙っている。堆積面の表面温度変化と表面温度条件のいずれか一方でも上記範囲をはずれると相乗効果は奏せられない。上記(4)の方法では、高温、すなわち200℃以上に加温された清浄空気を導入して上記(1)～(3)のいずれかの方法をより効果的に実施することができる。

【0008】

【発明の実施の形態】以下本発明の実施形態を添付の図面に沿って説明する。図1(a)、(b)、(c)は本発明によりスズ付けするための系を示す概略図である。コア/クラッドを有する石英ガラス出発ロッド1を垂直に配置すると共に上下方向に往復運動させ、出発ロッドに対してほぼ直角に配置固定した3本のバーナ9を用いて出発ロッド1の外周にガラス微粒子堆積層(多孔質母材)2を積層する。図2(a)、(b)は、図1(a)のバーナ部分の拡大図で、加熱された空気は12から供給されニッケルカバー10及びメッシュ11からなる清浄空気導入装置を経て清浄空気13として反応容器5内に導入される。図2(a)をA方向から見た部分図が図2(b)である。

【0009】出発ロッド1の上端は、支持棒8を介してチャック3で把持され図示しないモーターによって一定速度に回転させている。出発ロッド1の下端は、揺れ止め治具4で抑えられており、出発ロッドに追従して上下に移動する機構を備えている。更にガラス微粒子の合成は反応容器5内で実施されるが、雰囲気清浄を保つためにフィルタ11を通した清浄空気13が、反応容器内に導入される構成をなしている。この清浄空気13は、バーナ9の周囲から導入されており、ターゲットに付着しないガラス微粒子が効率的に排気管6から排出されるよう構成されている。清浄空気はN₂等の不活性ガスとしてもよい。後述の実施例に見られるように高温の清浄空気は清浄空気導入口7から導入される。図1(a)は装置全体の概念図、図1(b)は多孔質母材2の最下端位置を示す部分図、図1(c)は同じく最上端位置を示す部分図である。

【0010】図3(a)、(b)はそれぞれ上記反応系で用いられるガラス微粒子生成用バーナ9の具体化例を示す。図3(a)は8重管バーナを示し、中心管にSi

Cl₄などの原料ガスを流し以下順にH₂-Ar-O₂-Ar-H₂-Ar-O₂を流す。図3(b)は、マルチノズル構造のバーナを示し、中心に原料ガス供給管を置き、その外側管に原料又はArを供給し、更に周囲にH₂供給管、複数の酸素、供給管を配置している。

【0011】

【実施例】以下本発明を実施例により更に詳細に説明する。

(実施例1) 出発ロッドとして直径30mmのコア/クラッドを有する石英ガラスロッドを用意した。これを垂直に把持、回転させるとともに200mm/分の移動速度で上下往復移動させた。往復移動範囲は1,000mmである。ガラス微粒子合成バーナは、直径45mmの8重管バーナ(図3(a))を使用しバーナ先端からターゲット表面までの距離を150mmに設定した。各バーナには、SiCl₄6slm(リットル/分)、水素200slm(リットル/分)、酸素180slm(リットル/分)、Ar15slm(リットル/分)を供給してガラス微粒子を合成した。図4は、この時得られた堆積面表面(図1(a)の円で囲んだ部分)温度を赤外線放射温度計で全長モニタしたときの分布を示す。ガラス微粒子合成バーナの温度勾配は、最高温度からバーナ火炎の影響が小さくなるときの温度低下又は上昇のうち、最大の温度勾配を代表値として定義する。本例における最大温度勾配(曲線-の温度勾配)は22.5℃/cmであるから表面温度変化は450℃/分であった。また、堆積面全域の表面温度は310℃に保持された。この条件のもとで、長さ1,000mm、外径220mmの多孔質母材を割れずに製造することができた。

【0012】(比較例1) 実施例1と同様の実施形態にて、バーナを8重管構造から、可燃性ガス噴出ポート内に複数の小口径酸素ノズルを有する同口径(45mm)のマルチノズル構造のバーナ(図3(b))に変えて、ガラス微粒子の合成を行った。各バーナには、SiCl₄6slm(リットル/分)、水素180slm(リットル/分)、酸素60slm(リットル/分)、Ar2slm(リットル/分)を供給してガラス微粒子を合成した。この時得られた堆積面表面温度を赤外線放射温度計で全長モニタしたときの分布を図4に示す。バーナ先端から母材堆積面までの距離は、150mmとした。本例における最大温度勾配(曲線-)は27.8℃/cmであるから表面温度変化は555℃/分であった。また、堆積面全域の表面温度は270℃に保持された。この条件では、外径180mmに達したとき、母材表面に縦方向の割れが発生した。

【0013】(実施例2) 比較例1と同様の構成であるが、バーナ周囲の開口部から導入する清浄空気を常温でなく約200℃に加温して反応容器内に導入したところ、堆積面全長の表面温度分布は、図4となり、割れを発生させずに長さ1,000mm、外径220mmの多

孔質母材を得ることができた。本例における最大温度勾配(曲線---の温度勾配)は $24.8^{\circ}\text{C}/\text{cm}$ であるから表面温度変化は $495^{\circ}\text{C}/\text{分}$ であった。また、堆積面全域の表面温度は 270°C に保持した。

【0014】(比較例2)実施例2と同様の実施形態であるが、出発ロッドの長さを $1,500\text{mm}$ に延長し、更なる母材の大型化(長尺化)を実施した。出発ロッドの移動ストロークを $1,000\text{mm}$ から $1,500\text{mm}$ に延長したことにより、母材端部の表面温度が低下して、外径 120mm になったところで縦方向の割れが発生した。このときの最下端母材表面温度は 220°C であった。

【0015】(実施例3)比較例2の設備構成におい *

表-1

	スス付け条件			温度変化 ℃/分	最下端部 温度 ℃	割れ状況
	バーナ種類	清浄空気温度				
		バーナ周囲	上部/下部			
実施例1	8重管バーナ	常温	常温	450	310	割れなし
比較例1	マルチスロットバーナ	常温	常温	555	270	割れあり
実施例2	マルチスロットバーナ	200℃	常温	495	270	割れなし
比較例2	マルチスロットバーナ	200℃	常温	495	220	割れあり
実施例3	マルチスロットバーナ	200℃	400℃	450	320	割れなし

【0017】以上の検討結果から、多孔質母材の割れを抑制するためには、ガラス微粒子合成バーナの温度変化として、 $500^{\circ}\text{C}/\text{分}$ 以下が必要であり、堆積面全域を 250°C 以上に保つ必要があることが解った。本実施例では、母材を往復移動させたが、バーナを移動する場合も同様である。

【0018】

【発明の効果】本発明によると、バーナの移動により生ずる堆積面の表面温度変化を特定範囲に制御して、母材の割れを抑制し高品質の母材を製造することが可能となる。

【図面の簡単な説明】

【図1】図1(a)、(b)、(c)は本発明によりスス付けするための系を示す概略図である。

【図2】図2(a)、(b)は清浄空気をバーナ周囲よ

*て、母材端部の温度低下を抑えるため、反応容器上部及び下部から約 400°C に加熱した清浄空気を導入してガラス微粒子の合成を実施したところ、割れを発生させることなく、長さ $1,500\text{mm}$ 、外径 220mm の多孔質母材を得ることができた。堆積面全域の温度は 320°C 以上に保たれていた。清浄空気の加熱温度は、 300°C 以上が好ましい。本実施例では清浄空気を加熱して母材端部の温度を向上させたが、補助バーナ等公知の補助加熱手段により母材端部の温度を向上させ、堆積面全域 250°C 以上に保温してスス割れを抑制することも可能である。以上の結果を纏めて、表1に示す。

【0016】

【表1】

り供給するための装置の概略図である。

【図3】図3(a)、(b)はそれぞれ上記反応系で用いられるガラス微粒子生成用バーナの断面図である。

【図4】図4は図1(a)の円で囲んだ堆積表面部分の温度変化を示すグラフである。

【符号の説明】

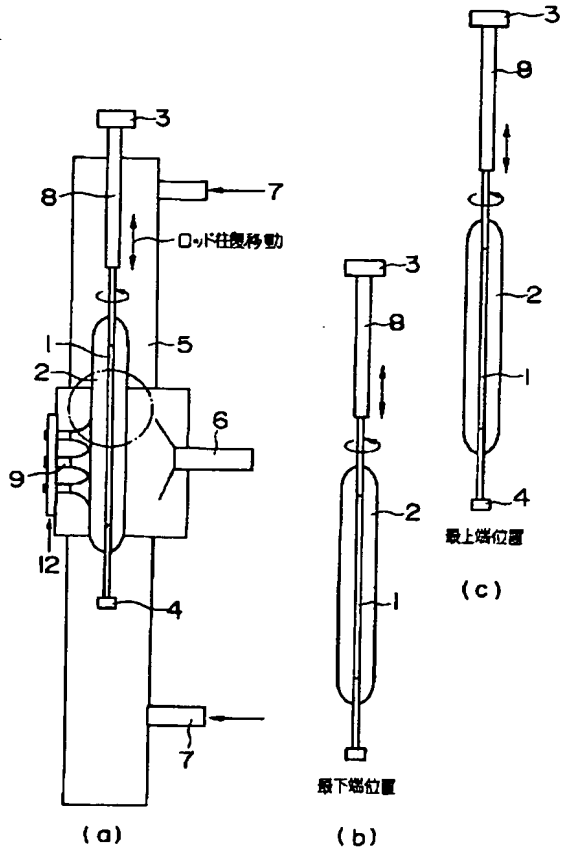
- 1：出発ロッド
- 2：多孔質母材
- 3：チャック
- 4：揺れ防止治具
- 5：反応容器
- 6：排気管
- 7：高温の清浄空気導入口
- 8：支持棒
- 9：微粒子合成用バーナ

10: Niカバー

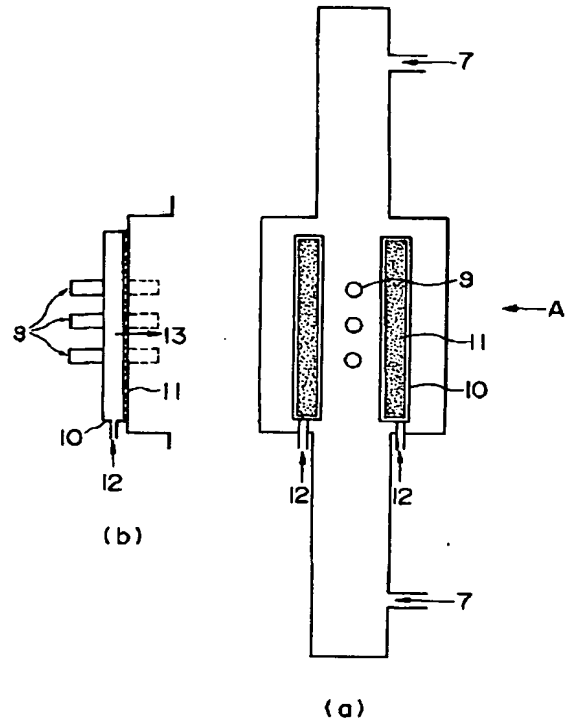
11: メッシュ

12: 清浄空気導入口

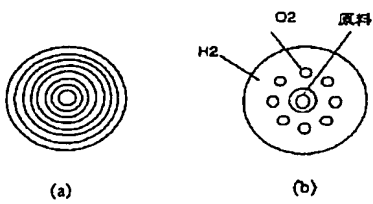
【図1】



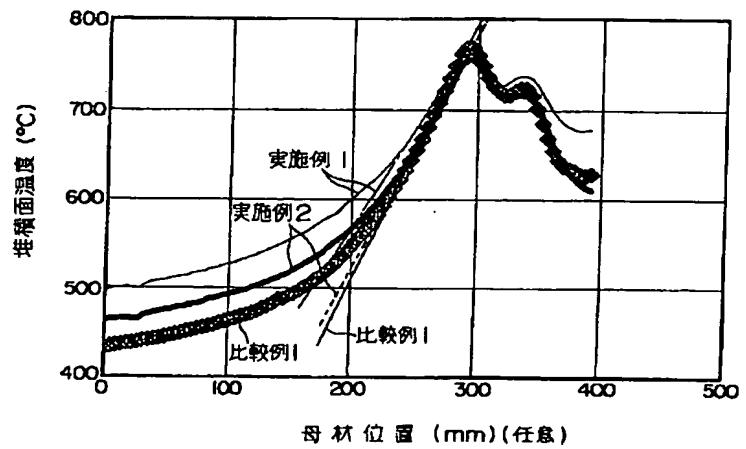
【図2】



【図3】



【図4】



フロントページの続き

(72)発明者 石原 朋浩

神奈川県横浜市栄区田谷町 1 番地 住友電
気工業株式会社横浜製作所内